Que
Nat Res

S-170

MINISTÈRE DES RICHESSES NATURELLES

CENTRE DE RECHERCHES MINÉRALES

SERVICE ANALYSE ET CONTRÔLE

MÉTHODES D'ANALYSE DES SÉDIMENTS DE RUISSEAUX ET DES EAUX SOUTERRAINES 1974-1975

M. Pichette et J. Guimont

GEOLOGICAL SURVEY LIBRARY OF ONTARIO
TORONTO
JUN 17 1976
RECEIVED

QUÉBEC
1975

104-04604/

MÉTHODES D'ANALYSE DES SÉDIMENTS DE RUISSEAUX ET DES EAUX SOUTERRAINES 1974-1975

M. Pichette et J. Guimont

TABLE DES MATIERES

		Page
AVANT-PROPOS		1
NOTE AU LECTEUR		2
I - SEDIMENTS DE RUISSEAUX		
Mise en solution nitrique	Méthode-Se-SR-A-72	5
Mise en solution chlorhydrique	" -Se-SR-B-74	7
Argent	" -Se-SR-5b-75	9
Baryum	" -Se-SR-10a-73	11
Bismuth	" -Se-SR-13b-75	13
Césium	" -Se-SR-21a-74	15
Césium	" -Se-SR-21b-74	17
Chrome	" -Se-SR-23a-74	19
Chrome	" -Se-SR-23b-74	21
Cobalt	" -Se-SR-24a-74	23
Cuivre	" -Se-SR-25a-72	25
Etain	" -Se-SR-29c-75	27
Lithium	" -Se-SR-46a-73	31
Manganèse	" -Se-SR-49a-72	33
Mercure	" -Se-SR-50a-73	35
Molybdène	" -Se-SR-51d-74	39
Molybdène	" -Se-SR-51e-74	41

		Page
Nickel	Méthode-Se-SR-55a-72	43
Or	" -Se-SR-57a-73	45
Plomb	" -Se-SR-63b-75	47
Tungstène	" -Se-SR-91a-73	49
Tungstène	" -Se-SR-91b-75	53
Uranium	" -Se-SR-92a-72	55
Vanadium	" -Se-SR-93b-74	59
Vanadium	" -Se-SR-93c-74	61
Zinc	" -Se-SR-97a-72	63

II- EAUX SOUTERRAINES

Traitement préliminaire des échantillons	Méthode-Se-ES-A-75	67
Préparation spéciale des échantillons	" -Se-ES-B-75	69
Chelation - extraction	" -Se-ES-C-75	71
Cadmium	" -Se-ES-16a-75	73
Calcium	" -Se-ES-17a-75	75
Chrome	" -Se-ES-23a-75	77
Cobalt	" -Se-ES-24a-75	81
Cuivre	" -Se-ES-25a-75	83
Fer	" -Se-ES-31a-75	85
Lithium	" -Se-ES-46a-75	87
Magnésium	" -Se-ES-48a-75	89
Manganèse	" -Se-ES-49a-75	91

		Page
Mercure	Méthode-Se-ES-50a-75	93
Molybdène	" -Se-ES-51a-75	95
Nickel	" -Se-ES-55a-75	97
Plomb	" -Se-ES-63a-75	99
Potassium	" -Se-ES-66b-75	101
Sodium	" -Se-ES-80a-75	103
Zinc	" -Se-ES-97a-75	105
Liste alphabétique des éléments		107

AVANT-PROPOS

Ce feuillet renferme les méthodes d'analyse utilisées présentement dans la section "Sédiments" de notre service. Il ne s'agit pas nécessairement de méthodes originales mais surtout d'amélioration et d'adaptation de méthodes connues, à l'analyse des sédiments de ruisseaux et des eaux souterraines.

Cet ouvrage est un complément au manuel "Méthodes d'analyse du service d'Analyse et Contrôle" de monsieur Joseph Gagnon. Il a surtout été conçu pour servir de manuel de référence, destiné à nos techniciens de laboratoire de même qu'aux utilisateurs des rapports géochimiques, publiés par le ministère des Richesses naturelles.

I

SEDIMENTS

DE RUISSEAUX

NOTE AU LECTEUR

Les méthodes sont numérotées suivant l'ordre alphabétique des éléments. Le numéro est précédé de lettres indicatrices et suivi de l'année de la mise en application de la méthode.

A moins que ce soit spécifié autrement, les conventions suivantes s'appliquent dans toutes les méthodes:

EAU: l'eau employée est de l'eau déminéralisée.

ACIDE: l'acide employé est de l'acide concentré du commerce.

DILUER: toutes les dilutions sont faites avec de l'eau déminéralisée.

LA QUALITE DES REACTIFS employés est "Baker analysed" ou l'équivalent.

L'ECART RELATIF est calculé à partir d'au moins 10 valeurs et est indiqué pour une concentration bien définie.

LA LIMITE DE DETECTION est définie comme étant la concentration de l'élément qui donne un signal égal à deux fois l'écart type d'au moins 20 lectures de l'essai à blanc. La limite de détection est toujours rapportée en tenant compte du poids de l'échantillon et du volume final de la solution.

NOTE: La limite de détection devient la plus petite concentration que l'on puisse déceler avec une certaine certitude dans les cas où la mesure est bornée par la sensibilité de l'appareil.

METHODE D'ATTAQUE DES SEDIMENTS POUR LE DOSAGE PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE DES ELEMENTS SUIVANTS: ARGENT, BARYUM, BISMUTH, COBALT, CUIVRE, LITHIUM, MANGANESE, NICKEL, PLOMB, ZINC.

Cette attaque est employée dans les méthodes:

Se-SR-5b, Se-SR-10a, Se-SR-13b, Se-SR-24a, Se-SR-25a, Se-SR-46a, Se-SR-49a, Se-SR-55a, Se-SR-63b, Se-SR-97a.

TAMISAGE:

Tous les échantillons sont tamisés sur un tamis de soie ou de nylon de 80 mailles.

REACTIFS:

Solution de nitrate mercurique:

Dissoudre 0,342 g de $Hg(NO3)2.H_2O$ dans environ 200 ml d'acide nitrique et étendre à un litre avec de l'acide nitrique.

MISE EN SOLUTION:

1. Calciner 1,0 g d'échantillon dans un creuset de porcelaine à 550°C pendant une heure.
2. Transférer l'échantillon dans une éprouvette graduée (20 x 150 mm).
3. Ajouter une barre magnétique recouverte de Teflon (1/2" x 5/16") et 5 ml de la solution de nitrate mercurique.
4. Placer l'éprouvette dans un support sur une plaque magnétique chauffante.
5. Agiter, chauffer jusqu'à ébullition et maintenir à cette température pendant 30 minutes.
6. Retirer le support de la plaque, refroidir un peu, ajouter 5 ml d'eau et chauffer de nouveau jusqu'à ébullition.
7. Refroidir la solution à la température de la pièce, ajuster le volume à 11 ml avec de l'acide nitrique puis à 21 ml avec de l'acide nitrique dilué (1:1).
8. Agiter et filtrer sur un papier Whatman 44 contenant de la pulpe.
9. Recueillir le filtrat dans une autre éprouvette.

METHODE D'ATTAQUE DES SEDIMENTS POUR LE DOSAGE PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE DES ELEMENTS SUIVANTS: CESIUM, CHROME, MOLYBDENE, VANADIUM.

Cette attaque est employée dans les méthodes:

Se-SR-21a, Se-SR-23a, Se-SR-51d, Se-SR-93b.

TAMISAGE:

Tous les échantillons sont tamisés sur un tamis de soie ou de nylon de 80 mailles.

REACTIFS:

Solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium:

Dissoudre 8,94 g de $AlCl_3.6H_2O$, 2,0 g de NH_4Cl et 9,54 g de KCl dans environ 500 ml d'eau, ajouter 250 ml d'acide chlorhydrique et compléter à 1000 ml avec de l'eau.

MISE EN SOLUTION:

1. Calciner 2,0 g d'échantillon dans un creuset de porcelaine à 550°C pendant une heure.
2. Transférer l'échantillon dans une éprouvette graduée (20 x 150 mm).
3. Ajouter 10 ml de la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium.
4. Faire chauffer dans un bain de sable jusqu'au point d'ébullition et maintenir à cette température pendant 60 minutes en agitant à toutes les 15 minutes.
5. Refroidir à la température de la pièce et ajuster le volume à 12 ml avec la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium.
6. Agiter la solution et filtrer sur un papier Whatman 44 contenant de la pulpe.
7. Recueillir le filtrat dans une autre éprouvette.

DOSAGE DE L'ARGENT DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

REACTIFS:

Solution de nitrate mercurique dans l'acide nitrique dilué (1:1):

Dissoudre 0,342 g de $Hg(NO_3)_2.H_2O$ dans 200 ml d'acide nitrique dilué (1:1) et étendre à 1000 ml avec de l'acide nitrique dilué (1:1).

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,158 g de $AgNO_3$ dans 50 ml de la solution de nitrate mercurique dans l'acide nitrique dilué (1:1) et jauger à 100 ml avec cette dernière solution. Cette solution contient 1000 γ/ml d'argent.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution précédente dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à la marque avec la solution de nitrate mercurique dans l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution A contient 100 γ/ml d'argent.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à la marque avec la solution de nitrate mercurique dans l'acide nitrique dilué (1:1). La solution B contient 10 γ/ml d'argent.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution B dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à la marque avec la solution de nitrate mercurique dans l'acide nitrique dilué (1:1). La solution C contient 1 γ/ml d'argent.

Pipeter et introduire respectivement 10, 5, 2 ml de la solution C dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter à la marque avec la solution de nitrate mercurique dans l'acide nitrique dilué (1:1). Ces trois dernières solutions contiennent respectivement 0,1, 0,05, 0,02 γ/ml d'argent.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Perkin-Elmer, modèle 503.
Correcteur de fond à arc au deutérium.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	328,0 nm.
Courant:	4,5 mA.
Fente:	4
Débit d'air:	9
Débit d'acétylène:	7
Hauteur du brûleur:	10 mm.
Extension d'échelle:	≈ 3 x.

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la mise en solution de l'échantillon, voir la méthode-Se-SR-A-72.

2. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

3. Utiliser l'arc au deutérium de la façon indiquée dans le manuel d'instruction du fabriquant.

4. Etalonner l'appareil en concentration de façon que les solutions étalons contenant 0,1, 0,05, 0,02 γ/ml d'argent donnent respectivement des lectures de 2,0, 1,0 et 0,4 sur le numériseur.

5. Nébuliser une partie du filtrat et noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppm d'argent = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 0,1 ppm.

DOSAGE DU BARYUM DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

REACTIFS:

Solution contenant 5 g de potassium/100 ml.:

Dissoudre 65,0 g de KNO_3 dans 200 ml d'eau et jauger à 500 ml avec de l'eau.

Solution de potassium contenant 0,1 g de potassium/100 ml.:

Pipeter et introduire 20 ml de la solution contenant 5 g de potassium/100 ml dans une fiole jaugée de 1000 ml, ajouter 20 ml d'acide nitrique et jauger avec l'acide nitrique dilué (1:1).

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,354 g de $BaCl_2.2H_2O$ dans environ 100 ml d'eau et étendre à 200 ml avec de l'eau. Cette solution A contient 1000 γ/ml de baryum.

Pipeter et introduire 20 ml de cette solution A dans une fiole jaugée de 200 ml et compléter à la marque avec la solution de potassium contenant 0,1 g de potassium/100 ml. Cette solution B contient 100 γ/ml de baryum.

Pipeter et introduire respectivement 20, 15, 10, 5 et 2 ml de la solution B dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter à la marque avec la solution de potassium contenant 0,1 g de potassium/100 ml. Ces solutions contiennent respectivement 20, 15, 10, 5 et 2 γ/ml de baryum.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Varian Techtron, modèle AA-5.
Numériseur DI-30.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	553,5	nm.
Courant:	10	mA.
Fente:	150	μ.
Pression de protoxyde d'azote:	18	lbs/po^2.
Débit de protoxyde d'azote:	6.	
Débit d'acétylène:	7,5.	

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la mise en solution, voir la méthode-Se-SR-A-72.

2. Pour ne pas affecter sensiblement le volume, ajouter 0,1 ml (2 gouttes) de la solution de potassium contenant 5 g de potassium/100 ml à une partie aliquote de 5 ml provenant de la mise en solution.

3. Régler le numériseur au zéro avec une solution d'acide nitrique dilué (1:1).

4. Tourner le bouton "conc" du numériseur de manière à avoir une lecture de 200 avec la solution étalon contenant 20 γ/ml de baryum.

5. Vérifier que les solutions étalons contenant 15, 10, 5 et 2 γ/ml de baryum donnent respectivement des lectures de 150, 100, 50 et 20 sur le numériseur.

6. Nébuliser une partie du filtrat et noter la lecture obtenue.

7. Pour toute dilution de la solution de l'échantillon, utiliser la solution de potassium contenant 0,1 g de potassium/100 ml.

CALCUL:

ppm de baryum = lecture obtenue x 2

LIMITE DE DETECTION: 2 ppm.

DOSAGE DU BISMUTH DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,250 g de bismuth métallique dans 50 ml d'acide nitrique. Ajouter lentement 125 ml d'eau et compléter à 250 ml avec de l'acide nitrique. Cette solution contient 1000 γ/ml de bismuth.

Pipeter et introduire 20 ml de la solution précédente dans une fiole jaugée de 200 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution A contient 100 γ/ml de bismuth.

Pipeter et introduire 20 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 200 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution B contient 10 γ/ml de bismuth.

Pipeter et introduire respectivement 20, 10, 5 et 2 ml de la solution B dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Ces quatre dernières solutions contiennent respectivement 2, 1, 0,5 et 0,2 γ/ml de bismuth.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Perkin-Elmer, modèle 503.
Correcteur de fond à arc au deutérium.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	223,0 nm.
Courant:	12 mA.
Fente:	3.
Débit d'air:	9.
Débit d'acétylène:	7.
Hauteur du brûleur:	10 mm.
Extension d'échelle:	≈ 5x.

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la mise en solution, voir la méthode-Se-SR-A-72.

2. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

3. Utiliser l'arc au deutérium de la façon indiquée dans le manuel d'instructions du fabriquant.

4. Etalonner l'appareil en concentration de façon que les solutions étalons contenant 2, 1, 0,5 et 0,2 γ/ml de bismuth donnent respectivement des lectures de 40, 20, 10 et 4 sur le numériseur.

5. Nébuliser une partie du filtrat et noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppm de bismuth = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 3 ppm.

DOSAGE DU CESIUM DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

On emploie cette méthode lorsque l'on veut doser en plus du césium soit le chrome et/ou le molybdène et/ou le vanadium.

REACTIFS:

Solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium:

Voir la méthode-Se-SR-B-74.

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,127 g de CsCl dans environ 75 ml de la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium et compléter à 100 ml avec la même solution. Cette solution A contient 1000 γ/ml de césium.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter à la marque avec la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium. Cette solution B contient 10 γ/ml de césium.

Pipeter et introduire respectivement 10, 8, 6, 4, 2 et 1 ml de la solution B dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter à la marque avec la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium. Ces solutions contiennent respectivement 1, 0,8, 0,6, 0,4, 0,2 et 0,1 γ/ml de césium.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Varian Techtron, modèle AA-5.
Cellule photomultiplicatrice R-406.
Numériseur DI-30.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	852,3	nm.
Courant:	20	mA.
Fente:	200	μ.
Pression d'air:	18	lbs/po^2.
Débit d'acétylène:	2,8	mieux encore, ajuster l'acétylène jusqu'à ce que la solution étalon contenant 1 γ/ml de Cs donne une lecture de 1,0 en % d'absorption.

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la mise en solution de l'échantillon, voir la méthode-Se-SR-B-74.

2. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

3. Tourner le bouton "conc" du numériseur au maximum dans le sens des aiguilles d'une montre.

4. Tourner le bouton de l'extension jusqu'à ce que la solution étalon contenant 1 γ/ml de césium donne une lecture de 5,0 sur le numériseur.

5. Vérifier que les solutions contenant 0,8, 0,6, 0,4, 0,2 et 0,1 γ/ml de césium donnent des lectures de 4,0, 3,0, 2,0, 1,0 et 0,5 sur le numériseur.

6. Nébuliser une partie du filtrat et noter la lecture obtenue.

7. Pour toute dilution de la solution de l'échantillon, utiliser la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium.

CALCUL:

ppm de césium = lecture obtenue.

NOTE: Les résultats sont arrondis au 0,5 ppm le plus rapproché.

LIMITE DE DETECTION: 0,5 ppm.

DOSAGE DU CESIUM DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

REACTIFS:

Solution de potassium contenant 0,5 g de potassium/100 ml.

Dissoudre 9,54 g de KCl dans environ 500 ml d'eau, ajouter 250 ml d'acide chlorhydrique et compléter à 1000 ml avec de l'eau.

SOLUTIONS ETALONS, APPAREILLAGE, CONDITIONS OPERATOIRES, MODE OPERATOIRE, CALCUL ET LIMITE DE DETECTION:

Suivre la méthode-Se-SR-21a-74 en remplaçant la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium par la solution de potassium contenant 0,5 g de potassium/100 ml.

DOSAGE DU CHROME DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

On emploie cette méthode lorsque l'on veut doser en plus du chrome soit le césium et/ou le molybdène et/ou le vanadium.

REACTIFS:

Solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium:

Voir la méthode-Se-SR-B-74.

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,770 g de $Cr(NO_3)_3.9H_2O$ dans environ 75 ml de la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium et compléter à 100 ml avec la même solution. Cette solution A contient 1000 γ/ml de chrome.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à la marque avec la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium. Cette solution B contient 100 γ/ml de chrome.

Pipeter et introduire respectivement 5, 4, 3, 2, 1 et 0,5 ml de la solution B dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter à la marque avec la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium. Ces solutions contiennent respectivement 5, 4, 3, 2, 1 et 0,5 γ/ml de chrome.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Varian Techtron, modèle AA-5.
Numériseur DI-30.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	357,8	nm.
Courant:	5	mA.
Fente:	100	μ.
Pression d'air:	18	lbs/po^2.
Débit d'acétylène:	3,0	ou mieux encore, ajuster l'acétylène jusqu'à ce que la solution contenant 1 γ/ml de Cr donne une lecture de 5,2 en Z d'absorption.

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la mise en solution de l'échantillon, voir la méthode-Se-SR-B-74.

2. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

3. Tourner le bouton "conc" du numériseur de manière à avoir une lecture de 50 avec la solution étalon contenant 10 γ/ml de chrome.

4. Vérifier que les solutions contenant 5 et 1 γ/ml de chrome donnent respectivement des lectures de 25 et 5 sur le numériseur.

5. Nébuliser une partie du filtrat et noter la lecture obtenue.

6. Pour toute dilution de la solution de l'échantillon, utiliser la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium.

CALCUL:

ppm de Cr = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 1 ppm.

DOSAGE DU CHROME DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

REACTIFS:

Solution de chlorure d'ammonium contenant 0,2 g de NH_4Cl/100 ml.

Dissoudre 2,0 g de NH_4Cl dans environ 500 ml d'eau, ajouter 250 ml d'acide chlorhydrique et compléter à 1000 avec de l'eau.

SOLUTIONS ETALONS, APPAREILLAGE, CONDITIONS OPERATOIRES, MODE OPERATOIRE, CALCUL ET LIMITE DE DETECTION:

Suivre la méthode-Se-SR-23a-74 en remplaçant la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium par la solution de chlorure d'ammonium contenant 0,2 g de NH_4Cl/100 ml.

DOSAGE DU COBALT DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 2,020 g de $CoCl_2.6H_2O$ dans 100 ml d'acide nitrique dilué (1:1) et étendre à 500 ml avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution contient 1000 γ/ml de cobalt.

Pipeter et introduire 25 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution A contient 50 γ/ml de cobalt.

Pipeter et introduire respectivement 10, 6, 4, 2 et 1 ml de la solution A dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Ces solutions contiennent respectivement 5, 3, 2, 1 et 0,5 γ/ml de cobalt.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Varian Techtron, modèle AA-5.
Numériseur DI-30.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	240,7	nm.
Courant:	8	mA.
Fente:	25	u.
Pression d'air:	18	lbs/po^2.
Débit d'acétylène:	2,5.	

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la mise en solution de l'échantillon, voir la méthode-Se-SR-A-72.

2. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

3. Tourner le bouton "conc" du numériseur de manière à avoir des lectures de 100, 60, 40, 20 et 10 respectivement avec les solutions de 5, 3, 2, 1 et 0,5 γ/ml de cobalt.

4. Nébuliser une partie du filtrat et noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppm de cobalt = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 1 ppm.

ECART RELATIF:

7% à 25 ppm.
5% à 20 ppm.
7% à 15 ppm.

DOSAGE DU CUIVRE DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,250 g de cuivre métallique dans environ 200 ml d'acide nitrique dilué (1:1) en chauffant légèrement, refroidir et étendre à 200 ml avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution contient 500 γ/ml de cuivre.

Pipeter et introduire 10 ml de cette dernière solution dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution A contient 50 γ/ml de cuivre.

Pipeter et introduire respectivement 10, 6, 4, 2 et 1 ml de la solution A dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Ces solutions contiennent respectivement 5, 3, 2, 1 et 0,5 γ/ml de cuivre.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Varian Techtron, modèle AA-5.
Numériseur DI-30.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	324,8	nm.
Courant:	3	mA.
Fente:	100	μ.
Pression d'air:	18	lbs/po^2.
Débit d'acétylène:	2,5.	

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la mise en solution de l'échantillon, voir la méthode-Se-SR-A-7^.

2. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

3. Tourner le bouton "conc" du numériseur de manière à avoir des lectures de 100, 60, 40, 20 et 10 avec les solutions étalons contenant respectivement 5, 3, 2, 1 et 0,5 γ/ml de cuivre.

4. Nébuliser une partie du filtrat et noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppm de cuivre = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 1 ppm.

ECART RELATIF:

7% à 55 ppm.
13% à 20 ppm.
9% à 15 ppm.

DOSAGE DE L'ETAIN DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

REACTIFS:

Solution d'acide ascorbique à 1% dans l'acide chlorhydrique dilué (1:4):

Dissoudre 1 g d'acide ascorbique dans 50 ml d'eau, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique et compléter à 100 ml avec l'eau.

Solution de réglage:

Sublimer 1,25 g NH_4I durant 20 minutes à 500°C dans 40 éprouvettes différentes. Reprendre le produit de la sublimation dans chacune des éprouvettes avec 10 à 15 ml de la solution d'acide ascorbique à 1% dans l'acide chlorhydrique dilué (1:4). Transvaser la solution ainsi obtenue dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter à la marque avec la solution d'acide ascorbique à 1% dans l'acide chlorhydrique dilué (1:4).

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,294 g de $SnCl_4.5H_2O$ dans 75 ml d'acide chlorhydrique dilué (1:4) et compléter à 100 ml avec la même solution acide. Cette solution contient 1000 γ/ml d'étain.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution précédente dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à la marque avec l'acide chlorhydrique dilué (1:4). Cette solution A contient 100 γ/ml d'étain.

Pipeter 10 ml de la solution A et jauger à 100 ml avec la solution de réglage. Cette solution B contient 10 γ/ml d'étain.

Pipeter et introduire respectivement 15, 10, 5, 2,5 et 1 ml de la solution B dans des fioles jaugées de 50 ml et compléter à la marque avec la solution de réglage. Ces solutions contiennent respectivement 3, 2, 1, 0,5 et 0,2 γ/ml d'étain.

Note: La durée de vie utile de la solution de réglage ainsi que des solutions étalons contenant la solution de réglage ne doit pas dépasser 3 jours.

APPAREILLAGE:

Appareil de sublimation-condensation.
Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Varian Techtron, modèle AA-5.
Numériseur DI-30.
Cathode creuse d'hydrogène.
Redresseur de courbe DC-31.

MISE EN SOLUTION:

1. Calciner 1,0 g d'échantillon dans un creuset de porcelaine pendant une heure à 550°C.

2. Introduire l'échantillon calciné dans une éprouvette de 25 ml et ajouter 0,5 g de NH_4I.

3. Laisser sublimer 20 minutes à 550°C (700°C au cadran) sur l'appareil de sublimation-condensation.

4. Reprendre le produit de la sublimation avec 10 ml de la solution d'acide ascorbique à 1% dans l'acide chlorhydrique dilué (1:4).

Note: Une fois la reprise par l'acide faite, l'échantillon doit, dans la mesure du possible être dosé la journée même.

5. Agiter pour homogénéiser, filtrer sur un papier Whatman 541 et recueillir le filtrat dans une autre éprouvette de 25 ml. Cette solution est prête à être dosée par absorption atomique.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	224,6 nm.
Courant:	8 mA.
Courant de la cathode creuse de H_2:	25 mA.
Fente:	150 µ.
Pression d'air:	18 lbs/po^2.
Débit d'air:	4.
Débit d'hydrogène:	8.
Redresseur de courbe:	bouton #1 tourné au maximum.

MODE OPERATOIRE:

1. Régler le numériseur au zéro avec la solution de réglage.

2. Tourner le bouton "conc" du numériseur de manière à avoir une lecture de 30 avec la solution étalon contenant 3 γ/ml d'étain.

3. Vérifier que les solutions étalons contenant 2, 1 et 0,5 γ/ml d'étain donnent respectivement des lectures de 20, 10 et 5 sur le numériseur.

4. Nébuliser une partie du filtrat et noter la lecture obtenue.

5. Pour toute dilution de la solution de l'échantillon, utiliser la solution de réglage.

6. Tourner le support à cathodes de façon à placer la cathode creuse d'hydrogène en position d'opération.

7. Nébuliser une partie de la solution de réglage et régler le numériseur au zéro en utilisant le "gain".

8. Nébuliser une partie du filtrat et noter à nouveau la lecture obtenue.

CALCUL:

ppm d'étain = lecture obtenue avec la cathode creuse d'étain - lecture obtenue avec la cathode creuse d'hydrogène.

LIMITE DE DETECTION: 2 ppm.

DOSAGE DU LITHIUM DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,993 g de $LiNO_3$ dans 100 ml d'acide nitrique dilué (1:1) et compléter à 1000 ml avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution A contient 100 γ/ml de lithium.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution B contient 10 γ/ml de lithium.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution B dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution C contient 1 γ/ml de lithium.

Pipeter et introduire respectivement 50, 20 et 10 ml de la solution C dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Ces solutions contiennent respectivement 0,5, 0,2 et 0,1 γ/ml de lithium.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Varian Techtron, modèle AA-5.
Numériseur DI-30.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	670,9	nm.
Courant:	6	mA.
Fente:	50	μ.
Pression d'air:	18	lbs/po^2.
Débit d'acétylène:	2,5.	

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la mise en solution de l'échantillon, voir la méthode-Se-SR-A-72.

2. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

3. Tourner le bouton "conc" du numériseur de manière à ce que les solutions étalons contenant 0,5, 0,2 et 0,1 γ/ml de lithium donnent respectivement des lectures de 10,0, 4,0 et 2,0 sur le numériseur.

4. Nébuliser une partie du filtrat et noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppm de lithium = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 0,1 ppm.

ECART RELATIF:

12% à 30 ppm.
9% à 10 ppm.
12% à 7 ppm.

DOSAGE DU MANGANESE DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 2,515 g de manganèse électrolytique dans 200 ml d'acide nitrique dilué (1:1) et compléter à 500 ml avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution A contient 5000 γ/ml de manganèse.

Pipeter et introduire 20 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 200 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution B contient 500 γ/ml de manganèse.

Pipeter et introduire respectivement 40, 30, 20, 15, 10, 5 et 2 ml de la solution B dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Ces solutions contiennent respectivement 200, 150, 100, 75, 50, 25 et 10 γ/ml de manganèse.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution contenant 10 γ/ml de manganèse dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution contient 1 γ/ml de manganèse.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Perkin-Elmer, modèle 503.
Redresseur de courbe.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	402.4 nm.
Courant:	10 mA.
Fente:	3.
Débit d'air:	9.
Débit d'acétylène:	7.
Hauteur du brûleur:	10 mm.
Extension d'échelle:	= 2x.

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la mise en solution de l'échantillon, voir la méthode-Se-SR-A-72.

2. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

3. Se servir du redresseur de courbe de la façon indiquée dans le manuel d'instructions du fabriquant en utilisant les solutions étalons contenant 75 et 200 γ/ml de manganèse.

4. Etalonner l'appareil en concentration de façon que les solutions étalons contenant 200, 150, 100, 75, 50, 25 et 10 γ/ml de manganèse donnent respectivement des lectures de 2000, 1500, 1000, 750, 500, 250 et 100 sur le numériseur.

5. Nébuliser une partie du filtrat et noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppm de manganèse = lecture obtenue x 2.

LIMITE DE DETECTION: 2 ppm.

DOSAGE DU MERCURE DANS LES SEDIMENTS ET LES ROCHES PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE SANS FLAMME

REACTIFS:

Solution d'acide sulfurique 1N ou 0,5 M:

Verser lentement, tout en agitant, 27,5 ml d'acide sulfurique dans 800 ml d'eau et compléter à 1000 ml.

Solution d'acide nitrique 4N:

Diluer 100 ml d'acide nitrique avec 300 ml d'eau.

Solution de peroxyde d'hydrogène à 15%:

Diluer 100 ml de peroxyde d'hydrogène du commerce à 30% avec 100 ml d'eau.

Solution contenant 5 g de permanganate de potassium/100 ml:

Dissoudre 5 g de $KMnO_4$ dans 75 ml d'eau et compléter à 100 ml.

Solution contenant 1,5 g de chlorhydrate d'hydroxylamine/100 ml:

Dissoudre 3,0 g de $NH_2OH.HCl$ dans 200 ml d'eau.

Solution contenant 10 g de chlorure stanneux/100 ml:

Dissoudre 10 g de $SnCl_2.2H_2O$ dans 5 ml d'acide chlorhydrique. Une fois le sel dissous, compléter à 100 ml avec de l'eau.

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,136 g de $HgCl_2$ dans 200 ml d'acide sulfurique 1N et compléter à 1000 ml avec l'acide sulfurique 1N. Cette solution contient 100 γ/ml de mercure.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution précédente dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter à la marque avec l'acide sulfurique 1N. Cette solution A contient 1000 ng/ml de mercure.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à la marque avec l'acide sulfurique 1N. Cette solution B contient 100 ng/ml de mercure.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution B dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à la marque avec l'acide sulfurique 1N. Cette solution C contient 10 ng/ml de mercure.

ETALONNAGE:

Saturer l'appareil MAS-50 suivant le mode opératoire décrit par le manufacturier.

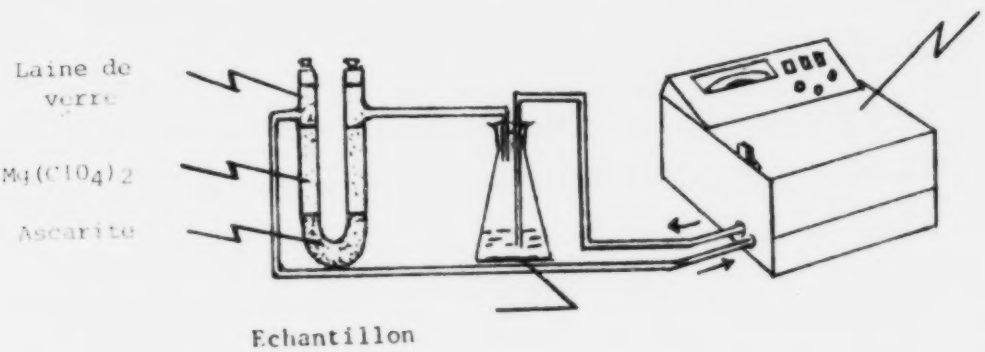
Pipeter et introduire dans des flacons "Vitro" à joint rodé de 300 ml des parties aliquotes de 5, 2 et 1 ml de la solution B de même que 5, 2 et 1 ml de la solution C. Ces flacons contiennent respectivement 500, 200, 100, 50, 20 et 10 ng de mercure.

Suivre le mode opératoire ci-dessous à partir de 2 jusqu'en 6.

Avec la solution étalon contenant 500 ng de mercure, régler l'appareil de façon à obtenir une lecture de 1,00 sur l'échelle x 1. Vérifier que la solution étalon contenant 200 ng de mercure donne une lecture de 0,40 sur la même échelle.

En passant les solutions contenant 100, 50, 20 et 10 ng de mercure, on doit maintenant obtenir des lectures de 0,20, 0,10, 0,04 et 0,02 sur l'échelle x 5.

APPAREIL:



En plus de la cellule d'absorption et des accessoires pour mesurer le courant photoélectrique produit, l'appareil MAS-50 contient une pompe qui fait circuler les vapeurs dans le circuit fermé.

Le tube en U contient du perchlorate de magnésium et de l'ascarite pour absorber la vapeur d'eau et l'anhydride carbonique dégagés. Il faut changer ce tube à tous les dix échantillons et plus souvent encore si les teneurs sont élevées.

MODE OPERATOIRE:

1. Introduire 1,0 g d'échantillon dans un flacon "Vitro" de 300 ml à joint rodé.

2. Ajouter 10 ml d'acide nitrique 4N, 10 ml d'acide sulfurique et goutte à goutte 3 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène à 15%.

3. Laisser mijoter sur une plaque chauffante à une température de 95 à 150°C pendant 30 minutes.

4. Refroidir à la température ambiante. Diluer à 100 ml et ajouter la solution de permanganate de potassium à 5% jusqu'à coloration rose persistante.

5. Ajouter 5 ml de la solution de chlorhydrate d'hydroxylamine à 1,5%. Agiter vigoureusement jusqu'à décoloration de la solution. Aussitôt la solution décolorée, arrêter l'agitation pour ne pas réduire le mercure.

6. Ajouter 5 ml de la solution de chlorure stanneux à 10% et introduire le flacon immédiatement dans le circuit.

7. Pour les échantillons dont la teneur en mercure est inférieure à 200 ng la lecture devra être prise sur l'échelle x 5 avec le bouton "memory" du MAS-50 à "on".

N.B. Avant d'effectuer le premier dosage, il est recommandé de purger l'appareil en passant au moins trois essais à blanc préparés de la façon suivante:

Introduire dans un flacon "Vitro", 10 ml d'acide nitrique 4N, 10 ml d'acide sulfurique, 2 gouttes de la solution de permanganate de potassium à 5%, 5 ml de la solution de chlorhydrate d'hydroxylamine à 1.5% et 5 ml de la solution de chlorure stanneux à 10%. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

CALCUL:

ppb de mercure = lecture obtenue x 500.

LIMITE DE DETECTION: 5 ppb.

DOSAGE DU MOLYBDENE DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

On emploie cette méthode lorsque l'on veut doser en plus du molybdène soit le césium et/ou le chrome.

REACTIFS:

Solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium:

Voir la méthode-Se-SR-B-74.

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,252 g de $Na_2MoO_4.2H_2O$ dans environ 75 ml de la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium en chauffant légèrement.

Refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à la marque avec la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium. Cette solution A contient 1000 γ/ml de molybdène.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter à la marque avec la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium. Cette solution B contient 10 γ/ml de molybdène.

Pipeter et introduire respectivement 20, 16, 10, 8, 6, 4 et 2 ml de la solution B dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter à la marque avec la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium. Ces solutions contiennent respectivement 2,0, 1,6, 1,0, 0,8, 0,6, 0,4 et 0,2 γ/ml de molybdène.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Varian Techtron, modèle AA-5.
Numériseur DI-30.
Redresseur de courbe DC-31.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	313,3	nm.
Courant:	7	mA.
Fente:	38	μ.

Pression de protoxyde d'azote:	18 lbs/po^2.
Débit de protoxyde d'azote:	6.
Débit d'acétylène:	8.
Redresseur de courbe:	bouton #1 tourné au maximum.

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la mise en solution de l'échantillon, voir la méthode-Se-SR-B-74.

2. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

3. Tourner le bouton "conc" du numériseur jusqu'à ce que la solution étalon contenant 2 γ/ml de molybdène donne une lecture de 10,0 sur le numériseur.

4. Vérifier que les solutions étalons contenant 1,6, 0,8, 0,4 et 0,2 γ/ml de molybdène donnent respectivement des lectures de 8,0, 4,0, 2,0 et 1,0 sur le numériseur.

5. Nébuliser une partie du filtrat et noter la lecture obtenue.

6. Pour toute dilution de la solution de l'échantillon, utiliser la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium.

CALCUL:

ppm de molybdène = lecture obtenue.

Note: Les résultats sont arrondis au 0,5 ppm le plus rapproché.

LIMITE DE DETECTION: 0,1 ppm.

ECART RELATIF:

0% à 1 ppm.

DOSAGE DU MOLYBDENE DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

REACTIFS:

Solution d'aluminium contenant 0,1 g d'aluminium/100 ml.

Dissoudre 8,94 g de $AlCl_3.6H_2O$ dans environ 500 ml d'eau, ajouter 250 ml d'acide chlorhydrique et compléter à 1000 ml avec de l'eau.

SOLUTIONS ETALONS, APPAREILLAGE, CONDITIONS OPERATOIRES, MODE OPERATOIRE, CALCUL ET LIMITE DE DETECTION:

Suivre la méthode-Se-SR-51d-74 en remplaçant la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium par la solution d'aluminium contenant 0,1 g d'aluminium/100 ml.

DOSAGE DU NICKEL DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 2,477 g de $Ni(NO_3)_2.6H_2O$ dans 100 ml d'acide nitrique dilué (1:1) et étendre à 500 ml avec l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution contient 1000 γ/ml de nickel.

Pipeter et introduire 25 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution A contient 50 γ/ml de nickel.

Pipeter et introduire respectivement 10, 6, 4, 2 et 1 ml de la solution A dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Ces solutions contiennent respectivement 5, 3, 2, 1 et 0,5 γ/ml de nickel.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Varian Techtron, modèle AA-5.
Numériseur DI-30.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	232,0	nm.
Courant:	7	mA.
Fente:	50	μ.
Pression d'air:	18	lbs/po^2.
Débit d'acétylène:	2,5.	

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la mise en solution de l'échantillon, voir la méthode-Se-SR-A-72.

2. Régler le numériseur au zéro avec une solution d'acide nitrique dilué (1:1).

3. Tourner le bouton "conc" du numériseur de manière à avoir des lectures de 100, 60, 40, 20 et 10 respectivement avec les solutions étalons de 5, 3, 2, 1 et 0,5 γ/ml de nickel.

4. Nébuliser une partie du filtrat et noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppm de nickel = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 1 ppm.

ECART RELATIF:

5% à 50 ppm.
5% à 40 ppm.
6% à 30 ppm.

DOSAGE DE L'OR DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

REACTIFS:

Méthyl isobutyl cétone (MIBK).
Solution d'acide chlorhydrique dilué (1:6).

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,125 g d'or dans 10 ml d'eau régale (3 volumes HCl - 1 volume HNO_3), en chauffant légèrement. Refroidir et diluer à 250 ml avec l'acide chlorhydrique dilué (1:6). Cette solution A contient 500 γ/ml d'or.

Prendre une aliquote de 1 ml de la solution A et diluer à 100 ml avec l'acide chlorhydrique dilué (1:6). Cette solution B contient 5 γ/ml d'or.

SOLUTION TEMOIN:

Dans un entonnoir à décantation de 125 ml, introduire 40 ml d'acide chlorhydrique dilué (1:6) et 80 ml de MIBK. Agiter, laisser séparer les deux phases et décanter. Conserver la phase organique.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Varian Techtron, modèle AA-5.
Numériseur, modèle DI-30.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	242,8	nm.
Courant:	5	mA.
Fente:	100	μ.
Pression d'air:	12	lbs/po^2.
Débit d'acétylène:	1,4.	

MISE EN SOLUTION:

1. Calciner 1,0 g d'échantillon dans un creuset de porcelaine à 550°C pendant une heure.

2. Transvaser l'échantillon dans un bécher de 30 ml et ajouter 10 ml d'eau régale. Chauffer à 95°C jusqu'à siccité.

3. Reprendre avec 15 ml d'acide chlorhydrique dilué (1:6) et laisser mijoter sur une plaque chauffante pendant 45 minutes en agitant à toutes les 15 minutes avec une tige de verre.

4. Transvaser dans une éprouvette de 25 ml. Laver le bécher avec la solution d'acide chlorhydrique dilué (1:6) et compléter à 25 ml.

5. Couvrir, agiter 10 secondes et filtrer sur un papier Whatman 44 contenant de la pulpe. Recueillir le filtrat dans une éprouvette sèche de 25 ml.

6. Transvaser le contenu de l'éprouvette de 25 ml dans un entonnoir à décantation de 125 ml et ajouter 5 ml de MIBK à l'aide d'une pipette automatique.

7. Agiter 30 secondes, laisser séparer les deux phases, décanter et conserver la phase organique. Laver deux fois de la même façon la phase organique avec 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique dilué (1:6).

8. Recueillir la phase organique dans une éprouvette sèche de 25 ml.

EXTRACTION DES SOLUTIONS ETALONS:

Pipeter et introduire respectivement 4 et 2 ml de la solution B dans des entonnoirs à décantation de 125 ml contenant 20 ml de MIBK. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique dilué (1:6) et continuer comme en 7 et 8 ci-haut. Nous obtenons ainsi deux solutions étalons contenant respectivement 1,0 et 0,5 γ/ml d'or.

MODE OPERATOIRE:

1. Régler le numériseur au zéro avec la solution témoin.

2. Tourner le bouton "conc" du numériseur de manière à avoir des lectures de 1,0 et 0,5 respectivement avec les solutions étalons de 1,0 et 0,5 γ/ml d'or.

3. Nébuliser une partie de la phase organique et noter la lecture.

CALCUL:

ppm d'or = lecture obtenue x 5.

LIMITE DE DETECTION: 0,1 ppm.

DOSAGE DU PLOMB DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 1,598 g de $Pb(NO_3)_2$ dans 500 ml d'acide nitrique dilué (1:1) et étendre à 1000 avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution A contient 1000 γ/ml de plomb.

Pipeter et introduire 25 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution B contient 50 γ/ml de plomb.

Pipeter et introduire respectivement 10, 6, 4, 2 et 1 ml de la solution B dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Ces solutions contiennent respectivement 5, 3, 2, 1 et 0,5 γ/ml de plomb.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Perkin-Elmer, modèle 503.
Correcteur de fond à arc au deutérium.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	217,0 nm.
Courant:	12 mA.
Fente:	4.
Débit d'air:	9.
Débit d'acétylène:	7.
Hauteur du brûleur:	10 mm.
Extension:	= 2 x.

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la mise en solution de l'échantillon, voir la méthode-Se-SR-A-72.

2. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

3. Utiliser l'arc au deutérium de la façon indiquée dans le manuel d'instructions du fabriquant.

4. Etalonner l'appareil en concentration de façon que les solutions étalons contenant 5, 3, 2, 1 et 0,5 γ/ml de plomb donnent respectivement des lectures de 100, 60, 40, 20 et 10 sur le numériseur.

5. Nébuliser une partie du filtrat et noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppm de plomb = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 2 ppm.

DOSAGE DU TUNGSTENE DANS LES SEDIMENTS ET LES ROCHES PAR SPECTROPHOTOMETRIE

REACTIFS:

Solution de chlorure stanneux contenant 20 g de $SnCl_2.2H_2O$/100 ml:

Dissoudre 50 g de $SnCl_2.2H_2O$ dans environ 200 ml d'acide chlorhydrique dilué (5:1) en chauffant jusqu'à ce que la solution soit claire. Refroidir et jauger à 250 ml avec de l'acide chlorhydrique dilué (5:1).

Solution de dithiolate de zinc:

Dissoudre en chauffant 0,5 g de dithiolate de zinc dans 1 ml d'acide chlorhydrique dilué (5:1). Chauffer jusqu'à dissolution d'environ 90% du solide. Etendre à 100 ml avec de l'acétate isoamylique. Conserver au réfrigérateur.

Fondant:

Sulfate acide de potassium ($KHSO_4$).

Varsol.

Ethanol.

Acétate isoamylique.

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,0897 g de $Na_2WO_4.2H_2O$ dans 200 ml d'eau et étendre à 500 ml avec de l'eau. Cette solution A contient 100 γ/ml de tungstène.

Avant la préparation de la gamme d'étalons, pipeter et introduire 1 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à la marque avec la solution d'acide chlorhydrique dilué (5:1). Cette dernière solution B contient 1 γ/ml de tungstène.

Gamme d'étalons:

a) Dans une série de 5 éprouvettes, introduire respectivement 3, 1,5, 0,75 et 0,3 ml de la solution B. Compléter à 7 ml avec la solution d'acide chlorhydrique dilué (5:1).

b) Ajouter 5 ml de la solution de chlorure stanneux et chauffer à 85°C sur un bain de sable pendant 10 minutes.

c) Ajouter 1 ml de la solution de dithiolate de zinc sans interrompre le chauffage.

d) Maintenir à 85°C jusqu'à ce que la phase organique n'occupe plus qu'un volume très réduit ("globule" d'environ 0,02 ml). Ceci nécessite un chauffage d'environ 3 heures.

e) Refroidir à la température de la pièce et extraire avec 2,5 ml d'éthanol et 2,5 ml de varsol. Agiter 30 secondes et laisser séparer les deux phases.

f) A l'aide d'une pipette automatique, pipeter délicatement environ 2,2 ml de la phase organique qui est d'une couleur bleu-vert.

g) Introduire cette solution dans une petite éprouvette (75 x 100 mm). Ces éprouvettes sont préalablement choisies pour leur qualité optique équivalente et elles sont fraîchement nettoyées à l'acétone.

h) Cette gamme correspond à 3, 1,5, 0,75 et 0,3 γ de tungstène.

MISE EN SOLUTION:

1. Peser 0,25 g d'échantillon, introduire dans une éprouvette graduée de 25 ml et calciner pendant une heure à 650°C.

2. Refroidir, ajouter 1 g de $KHSO_4$, agiter et chauffer dans un four à 650°C pendant 15 minutes.

3. Refroidir un peu et reprendre avec 10 ml d'acide chlorhydrique dilué (5:1).

4. Ajouter un petit agitateur magnétique et dissoudre le produit de la fusion sur une plaque chauffante maintenue à environ 95°C.

5. Refroidir, jauger à 12,5 ml avec de l'acide chlorhydrique dilué (5:1) et laisser déposer la partie insoluble. On assume que le volume occupé par l'agitateur et la partie insoluble est de 1 ml.

6. Pipeter et introduire une partie aliquote de 7 ml dans une autre éprouvette de 25 ml.

7. Continuer comme en b) ci-haut jusqu'en g).

8. Si une dilution d'un facteur 5 s'impose, reprendre une aliquote de 1,4 ml, ajuster le volume à 7 ml avec de l'eau et continuer comme en b) jusqu'en g).

9. Comparer la coloration obtenue à celle de la gamme d'étalons, à l'aide d'un spectrophotomètre.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre Spectronic 88.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde: 630,0 nm.
Ajuster l'appareil au 0 en utilisant le varsol.
Tourner le bouton "concentration" de manière à obtenir des lectures de 20, 10, 5 et 2 respectivement avec les solutions étalons contenant 3, 1,5, 0,75 et 0,3 γ de tungstène.

CALCUL:

ppm de tungstène = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 1 ppm.

DOSAGE DU TUNGSTENE DANS LES SEDIMENTS ET LES ROCHES PAR SPECTROPHOTOMETRIE

On emploie cette méthode lorsque l'échantillon contient plus de 50 ppm de molybdène. Si on ne possède pas d'information en ce qui concerne la teneur du molybdène, la coloration du complexe obtenue par la méthode-Se-SR-91a-73 peut nous servir de guide. En effet, si la couleur est plus verte que bleue, le dosage doit être repris par la présente méthode. Dans ce cas, la teneur du molybdène est trop élevée et elle peut causer une interférence sur le dosage du tungstène.

REACTIFS:

Tous les réactifs décrits dans la méthode-Se-SR-91a-73.

Solution d'acide chlorhydrique 6 N:

A environ 200 ml d'eau, ajouter lentement 250 ml d'acide chlorhydrique et compléter à 500 ml avec de l'eau.

Solution d'éther saturée d'acide chlorhydrique:

Dans un entonnoir à décantation de 200 ml, verser 125 ml d'éther et ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique. Agiter pendant deux minutes, laisser séparer les deux phases et décanter l'acide chlorhydrique.

MISE EN SOLUTION ET EXTRACTION:

1. Suivre la mise en solution de la façon décrite en 1 et 2 de la méthode-Se-SR-91a-73.

2. Refroidir un peu et reprendre avec 10 ml d'acide chlorhydrique 6 N.

3. Ajouter un petit agitateur magnétique et dissoudre le produit de la fusion sur une plaque chauffante à environ 95°C.

4. Refroidir, étendre à 12.5 ml avec la solution d'acide chlorhydrique 6 N et laisser déposer la partie insoluble. On assume que le volume occupé par l'agitateur et la partie insoluble est de 1 ml.

5. Pipeter et introduire une partie aliquote de 7 ml dans un entonnoir à décantation. Ajouter 10 ml de la solution d'éther saturée d'acide chlorhydrique, agiter 1 minute et décanter la phase aqueuse dans un autre entonnoir à décantation. Recommencer l'opération jusqu'à ce que la phase organique devienne incolore.

6. Transvaser la phase aqueuse dans une capsule de platine, chauffer environ 20 minutes à 50°C puis évaporer complètement en augmentant la température.

7. Reprendre le résidu avec 7 ml d'une solution d'acide chlorhydrique dilué (5:1) et transvaser dans une éprouvette de 25 ml.

8. Continuer comme en 7 de la mise en solution de la méthode-Se-SR-91a-73.

SOLUTIONS ETALONS, APPAREILLAGE, CONDITIONS OPERATOIRES, CALCUL ET LIMITE DE DETECTION:

Suivre la méthode-Se-SR-91a-73.

DOSAGE DE L'URANIUM DANS LES SEDIMENTS PAR CHROMATOGRAPHIE SUR PAPIER

REACTIFS:

Solution d'acide nitrique 2 N:

A environ 500 ml d'eau, ajouter 250 ml d'acide nitrique, refroidir et étendre à 2000 ml avec de l'eau.

Solution d'acide nitrique 11 N:

A environ 300 ml d'eau, ajouter lentement 688 ml d'acide nitrique, refroidir et compléter à 1000 ml avec de l'eau.

Solution de nitrate d'aluminium:

Dissoudre 600 g de $Al(NO_3)_3.9H_2O$ dans 875 ml d'eau et compléter à 1000 ml avec de l'acide nitrique. C'est la solution A.

Solvant:

Mélanger 96,5 ml d'hexone et 3,5 ml d'acide nitrique 11 N. Cette solution doit être préparée 1 heure avant son utilisation et conservée en vase clos pour permettre l'équilibre des vapeurs superficielles. Cette solution est stable plusieurs jours.

Solution de P.A.N.:

Dissoudre 0,5 g de (1-(2-pyridylazo)-2-naphtol dans 450 ml de méthanol et introduire dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter au trait de jauge avec du méthanol. Au moment de son utilisation, introduire 6 ml d'hydroxyde d'ammonium dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à la marque avec la solution de P.A.N. préparée ci-dessus. Cette solution est stable cinq jours.

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,212 g de $UO_2(NO_3)_2.6H_2O$ dans 75 ml de la solution A. Refroidir et compléter à 100 ml avec la même solution. Cette solution B contient 1000 γ/ml d'uranium.

Pipeter 10 ml de la solution B et étendre à 100 ml avec la solution A. Cette solution C contient 100 γ/ml d'uranium.

Gamme d'étalons:

Pipeter 20 ml de la solution C et étendre à 200 ml avec la solution A. Cette solution D contient 10 γ/ml d'uranium.

Pipeter et introduire respectivement 40, 30, 25, 20, 15, 10 ml de la solution D dans des fioles jaugées de 50 ml et compléter à la marque avec la solution A pour obtenir respectivement des solutions de 8, 6, 5, 4, 3, 2 γ/ml d'uranium.

Pipeter et introduire 10 et 5 ml de la solution D dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter à la marque avec la solution A. Ces dernières solutions contiennent respectivement 1 et 0,5 γ/ml d'uranium.

MODE OPERATOIRE:

1. Calciner 1,0 g d'échantillon dans un creuset de porcelaine à 550°C pendant une heure.

2. Introduire l'échantillon calciné dans un bécher de 30 ml, ajouter 2 ml de la solution A et évaporer à siccité sur une plaque chauffante à 95°C.

3. Reprendre avec 2 ml d'acide nitrique 2 N et laisser en contact 5 à 10 minutes sans chauffer.

4. Transvaser le tout dans une éprouvette de 10 x 75 mm et laisser déposer 2 heures ou centrifuger à 2500 rpm pendant une minute.

5. Déposer 0,1 ml de la liqueur surnageante sur un papier chromatographiqu à environ 4 cm du bas.

6. En même temps, déposer sur des bandes de papier chromatographique 0,1 m des solutions de 10, 8, 6, 5, 4, 3, 2, 1 et 0,5 γ/ml d'uranium de même que 0,1 ml de la solution A. Cette gamme correspond à 1,0, 0,8, 0,6, 0,5, 0,4, 0,3, 0,2, 0,1, 0,05 et 0 γ d'uranium.

7. Enlever le couvercle de la cuve chromatographique (boîte en verre), y mettre immédiatement l'extrémité inférieure des bandes en contact avec le solvant contenu dans une boîte de Pétri à demi-pleine et laisser parcourir au solvant 12 à 13 cm.

8. Retirer le papier et faire sécher dans une étuve à 35-40°C pendant 15 minutes.

9. Pulvériser la solution de P.A.N. sur les deux faces du papier.

10. Laisser à la température ambiante pendant environ 15 minutes et comparer la largeur et l'intensité de la bande colorée obtenue à celle de la gamme d'étalons préparés en même temps.

CALCUL:

ppm d'uranium = lecture x 20.

LIMITE DE DETECTION: *1 ppm.

ECART RELATIF:

26.6% à 7 ppm.
45.0% à 3 ppm.
54.0% à 1 ppm.

* Dans le cas de l'uranium, la limite de détection est bornée par la plus petite lecture du chromatogramme.

DOSAGE DU VANADIUM DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

On emploie cette méthode lorsque l'on veut doser en plus du vanadium soit le césium et/ou le chrome.

REACTIFS:

Solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium:

Voir la méthode-Se-SR-B-74.

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,178 g de V_2O_5 dans 75 ml de la solution dilué des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium. Refroidir et diluer à 100 ml avec la même solution. Cette solution A contient 1000 γ/ml de vanadium.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à la marque avec la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium. Cette solution B contient 100 γ/ml de vanadium.

Pipeter et introduire 20 ml de la solution B dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à la marque avec la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium. Cette solution C contient 20 γ/ml de vanadium.

Pipeter et introduire respectivement 10 et 5 ml de la solution B de même que 10, 5 et 1 ml de la solution C dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter à la marque avec la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium. Ces solutions contiennent respectivement 10, 5, 2, 1 et 0,2 γ/ml de vanadium.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Varian Techtron, modèle AA-5.
Numériseur DI-30.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	318,5	nm.
Courant:	7	mA.
Fente:	100	µ.
Pression de protoxyde d'azote:	18	lbs/po^2.
Débit de protoxyde d'azote:	6.	
Débit d'acétylène:	8.	

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la mise en solution de l'échantillon, voir la méthode-Se-SR-B-74.

2. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

3. Tourner le bouton "conc" du numériseur de manière à avoir une lecture de 100 avec la solution étalon contenant 20 γ/ml de vanadium.

4. Vérifier que les solutions étalons contenant 10, 5, 2, 1 et 0,2 γ/ml de vanadium donnent respectivement des lectures de 50, 25, 10, 5 et 1 sur le numériseur.

5. Nébuliser une partie du filtrat et noter la lecture obtenue.

6. Pour toute dilution de la solution de l'échantillon, utiliser la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium.

CALCUL:

ppm de vanadium = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 1 ppm.

DOSAGE DU VANADIUM DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

REACTIFS:

Solution d'aluminium contenant 0,1 g d'aluminium/100 ml:

Dissoudre 8,94 g de $AlCl_3.6H_2O$ dans environ 500 ml d'eau, ajouter 250 ml d'acide chlorhydrique et compléter à 1000 ml avec de l'eau.

SOLUTIONS ETALONS, APPAREILLAGE, CONDITIONS OPERATOIRES, MODE OPERATOIRE, CALCUL ET LIMITE DE DETECTION:

Suivre la méthode-Se-SR-93b-74 en remplaçant la solution des chlorures d'ammonium, d'aluminium et de potassium par la solution d'aluminium contenant 0,1 g d'aluminium/100 ml.

DOSAGE DU ZINC DANS LES SEDIMENTS PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 1,000 g de zinc métallique dans environ 200 ml d'acide nitrique dilué (1:1). Introduire dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution A contient 1000 γ/ml de zinc.

Pipeter et introduire 50 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Cette solution B contient 100 γ/ml de zinc.

Pipeter et introduire respectivement 20, 15, 10, 5 et 1 ml de la solution B dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter à la marque avec de l'acide nitrique dilué (1:1). Ces solutions contiennent respectivement 20, 15, 10, 5 et 1 γ/ml de zinc.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Varian Techtron, modèle AA-5.
Numériseur DI-30.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Brûleur tourné à un angle pouvant varier entre 45 et 90° selon l'appareil.

Longueur d'onde:	213,9	nm.
Courant:	6	mA.
Fente:	100	μ.
Pression d'air:	18	lbs/po^2.
Débit d'acétylène:	2,5.	

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la mise en solution de l'échantillon, voir la méthode-Se-SR-A-72.

2. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

3. Ajuster l'angle du brûleur de manière à avoir une lecture de 20,0 en % d'absorption avec la solution étalon contenant 10 γ/ml de zinc.

4. Tourner le bouton "conc" du numériseur de manière à avoir une lecture de 100 avec la solution étalon contenant 10 γ/ml de zinc.

5. Vérifier que les solutions contenant 20, 15, 5 et 1 γ/ml de zinc donnent respectivement des lectures de 200, 150, 50 et 10 sur le numériseur.

6. Nébuliser une partie du filtrat et noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppm de zinc = lecture obtenue x 2.

LIMITE DE DETECTION: 2 ppm.

ECART RELATIF:

3% à 130 ppm.
4% à 125 ppm.
4% à 75 ppm.

II

EAUX SOUTERRAINES

TRAITEMENT PRELIMINAIRE DE TOUS LES ECHANTILLONS

Le prélèvement des échantillons s'effectue à l'aide d'instruments spécialement conçus de sorte qu'en aucun moment l'échantillon n'est en contact avec une surface métallique.

L'échantillon est ensuite transvasé dans un récipient de polypropylène puis acidifié en ajoutant 1 ml d'acide acétique par 100 ml d'échantillon. Le pH des échantillons se situe alors aux environs de 3.

Si les échantillons doivent être entreposés plus de deux ou trois semaines avant d'être analysés, on doit à ce moment les congeler jusqu'au moment de l'analyse.

Une vigoureuse agitation de chaque échantillon est nécessaire avant l'analyse surtout si l'échantillon a dû être congelé.

PREPARATION SPECIALE DES ECHANTILLONS POUR LE DOSAGE DES ELEMENTS SUIVANTS: MAGNESIUM, POTASSIUM, SODIUM.

Cette préparation s'applique pour les méthodes-Se-ES-48a, Se-ES-66b, Se-ES-80a.

REACTIFS:

Solution d'acide acétique à 1%:

Dans une fiole jaugée de 1000 ml contenant environ 300 ml d'eau, ajouter 10 ml d'acide acétique et compléter à la marque avec de l'eau.

Solution de lanthane contenant 1000 γ/ml de La:

Dissoudre 1,173 g de La_2O_3 dans environ 500 ml d'acide acétique à 1%. Ajouter quelques gouttes d'acide nitrique afin de faciliter la dissolution. Etendre à 1000 ml avec la solution d'acide acétique à 1%.

Solution de lanthane contenant 100 γ/ml de La:

Pipeter et introduire 100 ml de la solution de lanthane contenant 1000 γ/ml de La dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter à la marque avec la solution d'acide acétique à 1%.

MODE OPERATOIRE:

1. Les premières étapes de la préparation sont celles décrites dans la méthode-Se-ES-A-75.

2. A l'aide d'une pipette automatique, prélever une prise aliquote de 9 ml de l'échantillon et introduire dans une éprouvette de 25 ml.

3. Ajouter 1 ml de la solution de lanthane contenant 1000 γ/ml de La et agiter vigoureusement pour homogénéiser.

CHELATION-EXTRACTION POUR LE DOSAGE DES ELEMENTS SUIVANTS: CADMIUM, COBALT, CUIVRE, MOLYBDENE, NICKEL, PLOMB.

Cette chelation-extraction s'applique pour les méthodes Se-ES-16a, Se-ES-24a, Se-ES-25a, Se-ES-51a, Se-ES-55a, Se-ES-63a.

REACTIFS:

Méthylisobutylcétone (MIBK).

Pyrrolidine-dithiocarbamate d'ammonium (APDC).

Solution de APDC à 1%:

Dissoudre dans environ 400 ml d'eau 5,0 g de APDC et étendre à 500 ml avec de l'eau. Transvaser dans une ampoule à décanter de 1000 ml et purifier la solution en faisant trois extractions avec 20 ml de MIBK. Conserver la solution aqueuse résultante dont le volume est légèrement augmenté à cause de la saturation par la méthylisobutylcétone.

Solution d'acide acétique à 1%:

Dans une fiole jaugée de 1000 ml contenant environ 300 ml d'eau, ajouter 10 ml d'acide acétique "glacial" et compléter à la marque avec de l'eau.

Solution d'acide chlorhydrique à 10%:

Dans une fiole jaugée de 1000 ml contenant environ 500 ml d'eau, ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique et compléter à la marque avec de l'eau.

Témoin A:

Transvaser 400 ml d'une solution d'acide acétique à 1% dans une fiole jaugée de 500 ml. Suivre le processus ci-dessous à partir de 3.

Témoin B:

Pipeter et introduire 15 ml de la solution de APDC à 1% dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 60 ml de MIBK et agiter vigoureusement durant 1 minute. Suivre le processus ci-dessous à partir de 6.

Méthode-Se-ES-C-75

PROCESSUS DE CHELATION-EXTRACTION:

1. Pour le traitement de l'échantillon, voir la méthode-Se-ES-A-75.

2. Transvaser 400 ml de l'échantillon dans une fiole jaugée de 500 ml.

3. A l'aide d'une pipette automatique, ajouter 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique à 10% et agiter légèrement. Le pH de cette solution est alors de 2.

4. A l'aide d'une autre pipette automatique, ajouter 5 ml de la solution de APDC à 1%.

5. Ajouter 20 ml de MIBK et agiter vigoureusement durant 1 minute.

6. Laisser séparer les deux phases et ajouter de l'eau en la laissant glisser le long du col de la fiole jaugée de façon à éviter toute perturbation inutile des deux phases en présence. Cette opération a pour but de faire monter la phase organique dans le col de la fiole jaugée.

7. A l'aide d'une pipette automatique, prélever la phase organique et introduire dans une éprouvette de 25 ml. La solution est maintenant prête pour le dosage par absorption atomique.

DOSAGE DU CADMIUM DANS LES EAUX SOUTERRAINES PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,228 g de $3CdSO_4.8H_2O$ dans environ 200 ml d'une solution d'acide acétique à 1% et compléter à 1000 ml avec la même solution. Cette solution A contient 100 γ/ml de cadmium.

Pipeter et introduire 5 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Cette solution B contient 1 γ/ml de cadmium.

Pipeter et introduire 2 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Cette solution C contient 400 ppb de cadmium.

Pipeter et introduire 50 ml de la solution B et de la solution C dans deux fioles jaugées de 500 ml et compléter aux traits de jauge avec la solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions D et E contiennent respectivement 100 et 40 ppb de cadmium.

Note: Toutes ces solutions doivent être conservées dans des récipients de plastique et la durée des solutions contenant moins de 1 ppm de cadmium ne doit pas dépasser 1 semaine.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Perkin Elmer, modèle 503.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	228,8 nm.
Courant:	5 mA.
Fente:	4
Débit d'air:	8
Débit d'acétylène:	4
Hauteur du brûleur:	6,5 - 7 mm.
Extension d'échelle:	≈ 0,6 x.

ETALONNAGE ET MODE OPERATOIRE:

1. Pipeter et introduire dans des fioles jaugées de 500 ml, 10 ml de la solution D de même que 10 et 5 ml de la solution E et compléter à 400 ml avec une solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions contiennent respectivement 1000, 400 et 200 ng de cadmium.

2. Suivre le processus de chelation - extraction de la méthode-Se-ES-C-75 à partir de 3.

3. Régler le numériseur au zéro avec le témoin A.

4. Etalonner l'appareil en concentration de façon que les solutions étalons contenant 1000, 400 et 200 ng de cadmium donnent des lectures de 2,5, 1,0 et 0,5 sur le numériseur.

5. Une fois l'appareil étalonné en concentration, régler le numériseur au zéro avec le témoin B et procéder au dosage de l'échantillon préparé suivant la méthode-Se-ES-C-75.

CALCUL:

ppb de cadmium = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 0,1 ppb.

DOSAGE DU CALCIUM DANS LES EAUX SOUTERRAINES PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 2,500 g de $CaCO_3$ dans environ 100 ml d'une solution d'acide acétique à 1% et étendre à 1000 ml avec la même solution. Cette solution contient 1000 γ/ml de calcium.

Pipeter et introduire respectivement 20, 10, 8, 5, 2 et 1 ml de la solution précédente dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter à la marque avec une solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions contiennent 200, 100, 80, 50, 20 et 10 γ/ml de calcium.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Perkin-Elmer, modèle 503.
Redresseur de courbe.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	422,7 nm (Vis: 211).
Courant:	10 mA.
Fente:	3.
Brûleur:	protoxyde d'azote-acétylène.
Débit d'air:	5,5.
Débit d'acétylène:	4.
Hauteur du brûleur:	8,5 mm.
Extension d'échelle:	≈ 3,5 x.

MODE OPERATOIRE:

1. Pour le traitement de l'échantillon, voir la méthode-Se-ES-A-75.

2. Tourner le brûleur de façon à ce qu'il forme un angle de 30° avec le faisceau.

3. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

4. Se servir du redresseur de courbe de la façon indiquée dans le manuel d'instructions du fabriquant en utilisant les solutions étalons contenant 20 et 100 γ/ml de calcium.

5. Etalonner l'appareil en concentration de façon que les solutions étalons contenant 100, 80, 50, 20 et 10 γ/ml de calcium donnent respectivement des lectures de 143, 114,4, 71,5, 28,6 et 14,3 sur le numériseur*.

6. Nébuliser une partie de l'échantillon et noter la lecture obtenue.

* Le facteur de multiplication de 1.43 tient compte des effets de matrice rencontrés dans les eaux souterraines.

CALCUL:

ppm de calcium = lecture obtenue.

Note: Les résultats sont arrondis au 0,5 ppm le plus rapproché.

LIMITE DE DETECTION: 0,5 ppm.

DOSAGE DU CHROME DANS LES EAUX SOUTERRAINES PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

REACTIFS:

Méthylisobutylcétone (MIBK).

Pyrrolidine-dithiocarbamate d'ammonium (APDC).

Solution de APDC à 1%:

Dissoudre dans environ 400 ml d'eau 5,0 g de APDC et étendre à 500 ml avec de l'eau. Transvaser dans une ampoule à décanter de 1000 ml et purifier la solution en faisant trois extractions avec 20 ml de MIBK. Conserver la solution aqueuse résultante dont le volume est légèrement augmenté à cause de la saturation par la méthylisobutylcétone.

Solution tampon à pH 3:

Dissoudre dans environ 500 ml d'acide acétique "glacial" 50 g d'acétate de sodium et étendre à 1000 ml avec de l'acide acétique.

Solution de brome à 1%:

Dissoudre dans environ 75 ml d'eau 1 ml de brome et étendre à 100 ml avec de l'eau.

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,769 g de $Cr(NO_3)_3.9H_2O$ dans environ 200 ml d'eau et étendre à 1000 ml avec de l'eau. Cette solution A contient 100 γ/ml de chrome.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution B contient 10 γ/ml de chrome.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution B dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Cette solution C contient 100 ng/ml de chrome.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Perkin-Elmer, modèle 503.
Correcteur de fond à arc au deutérium.

Méthode-Se-ES-23a-75

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	357,9 nm.
Courant:	9 mA.
Fente:	4.
Débit d'air:	7.
Débit d'acétylène:	5,5.
Hauteur du brûleur:	7 mm.
Extension d'échelle:	≈ 5 x.

MODE OPERATOIRE:

1. Pour le traitement de l'échantillon, voir la méthode-Se-ES-A-75.

2. A l'aide d'un cylindre gradué, prélever une prise de 100 ml de l'échantillon et transvaser dans une fiole jaugée de 200 ml.

3. Ajouter 5 ml de la solution tampon à pH 3 avec une pipette automatique.

4. Ajouter 0,5 ml de la solution de brome 1% (si le brome se décolore aussitôt qu'il est en contact avec la solution, en ajouter jusqu'à ce que la coloration persiste). Chauffer sur une plaque chauffante jusqu'à ce que la solution soit incolore.

5. Placer dans l'eau courante et laisser refroidir à la température de la pièce.

6. Ajouter 5 ml de la solution de APDC à 1% et agiter légèrement.

7. Ajouter 7,5 ml de MIBK et agiter vigoureusement durant 30 secondes.

8. Laisser séparer les deux phases et ajouter de l'eau en la laissant glisser le long du col de la fiole jaugée de façon à éviter toute perturbation inutile des deux phases en présence. Cette opération a pour but de faire monter la phase organique dans le col de la fiole jaugée afin de faciliter son aspiration par l'appareil.

9. Pipeter et introduire 25, 10, 5 et 1 ml de la solution C dans des fioles jaugées de 200 ml et ajouter respectivement 75, 90, 95 et 99 ml d'une solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions contiennent respectivement 2500, 1000, 500 et 100 ng de chrome.

10. Suivre le mode opératoire ci-dessus à partir de 3 jusqu'en 8.

11. Utiliser l'arc au deutérium de la façon indiquée dans le manuel d'instructions du fabriquant.

12. Régler le numériseur au zéro avec la MIBK.

13. Etalonner l'appareil en concentration de façon que les solutions étalons contenant 2500, 1000, 500 et 100 ng de chrome donnent des lectures de 25,0, 10,0, 5,0 et 1,0 sur le numériseur.

14. Nébuliser une partie de la phase organique obtenue à partir de l'échantillon en s'assurant que le tube aspirant ne plonge que dans la phase organique.

15. Noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppb de chrome = lecture obtenue.

Note: Les résultats sont arrondis au 0,5 ppb le plus rapproché.

LIMITE DE DETECTION: 0,5 ppb.

DOSAGE DU COBALT DANS LES EAUX SOUTERRAINES PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,402 g de $CoCl_2.6H_2O$ dans environ 50 ml d'une solution d'acide acétique à 1% et compléter à 100 ml avec la même solution. Cette solution A contient 1000 γ/ml de cobalt.

Pipeter et introduire 5 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Cette solution B contient 10 γ/ml de cobalt.

Pipeter et introduire 2 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Cette solution C contient 4 γ/ml de cobalt.

Pipeter et introduire 50 ml de la solution B et de la solution C dans deux fioles jaugées de 500 ml et compléter aux traits de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Les solutions D et E contiennent respectivement 1000 et 400 ppb de cobalt.

Note: Toutes ces solutions doivent être conservées dans des récipients de plastique et la durée des solutions D et E ne doit pas dépasser 1 semaine.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Perkin Elmer, modèle 503.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	240,8	nm.
Courant:	10	mA.
Fente:	3	
Débit d'air:	8	
Débit d'acétylène:	3,5	
Hauteur du brûleur:	7	mm.
Extension d'échelle:	= 2,4	x.

ETALONNAGE ET MODE OPERATOIRE:

1. Pipeter et introduire dans des fioles jaugées de 500 ml, 10 ml de la

solution D de même que 10 et 5 ml de la solution E et compléter à 400 ml avec une solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions contiennent respectivement 10000, 4000 et 2000 ng de cobalt.

2. Suivre le processus de chelation - extraction de la méthode-Se-ES-C-75 à partir de 3.

3. Régler le numériseur au zéro avec le témoin A.

4. Etalonner l'appareil en concentration de façon que les solutions étalons contenant 10000, 4000 et 2000 ng de cobalt donnent des lectures de 25,0, 10,0 et 5,0 sur le numériseur.

5. Une fois l'appareil étalonné en concentration, régler le numériseur au zéro avec le témoin B et procéder au dosage de l'échantillon préparé suivant la méthode-Se-ES-C-75.

CALCUL:

ppb de cobalt = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 1 ppb.

DOSAGE DU CUIVRE DANS LES EAUX SOUTERRAINES PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,380 g de $Cu(NO_3)_2.3H_2O$ dans environ 50 ml d'une solution d'acide acétique à 1% et compléter à 100 ml avec la même solution. Cette solution A contient 1000 γ/ml de cuivre.

Pipeter et introduire 5 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Cette solution B contient 10 γ/ml de cuivre.

Pipeter et introduire 2 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Cette solution C contient 4 γ/ml de cuivre.

Pipeter et introduire 50 ml de la solution B et de la solution C dans deux fioles jaugées de 500 ml et compléter aux traits de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions D et E contiennent respectivement 1000 et 400 ppb de cuivre.

Note: Toutes ces solutions doivent être conservées dans des récipients de plastique et la durée des solutions D et E ne doit pas dépasser 1 semaine.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Perkin Elmer, modèle 503.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	324,6	nm.
Courant:	5	mA.
Fente:	4	
Débit d'air:	8	
Débit d'acétylène:	7	
Hauteur du brûleur:	7	mm.
Extension d'échelle:	≈ 2,8	x.

ETALONNAGE ET MODE OPERATOIRE:

1. Pipeter et introduire dans des fioles jaugées de 500 ml, 10 ml de la solution D de même que 10 et 5 ml de la solution E et compléter à

100 ml avec une solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions contiennent respectivement 10000, 4000 et 2000 ng de cuivre.

2. Suivre le processus de chelation - extraction de la méthode-Se-ES-C-75 à partir de 3.

3. Régler le numériseur au zéro avec le témoin A.

4. Etalonner l'appareil en concentration de façon que les solutions étalons contenant 10000, 4000 et 2000 ng de cuivre donnent des lectures de 25,0, 10,0 et 5,0 sur le numériseur.

5. Une fois l'appareil étalonné en concentration, régler le numériseur au zéro avec le témoin B et procéder au dosage de l'échantillon préparé suivant la méthode-Se-ES-C-75.

CALCUL:

ppb de cuivre = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 1 ppb.

DOSAGE DU FER DANS LES EAUX SOUTERRAINES PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

REACTIFS:

Solution de calcium contenant 0,001 g de Ca/100 ml d'acide acétique à 1%:

Dissoudre 0,05 g de $CaCO_3$ dans environ 200 ml d'une solution d'acide acétique à 1% et étendre à 2000 ml avec la même solution.

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,483 g de $FeCl_3.6H_2O$ dans environ 50 ml de la solution de calcium contenant 0,001 g de Ca/100 ml d'acide acétique à 1% et étendre à 1000 ml avec la même solution. Cette solution A contient 100 γ/ml de fer.

Pipeter et introduire respectivement 15, 10, 8,5, 2 et 1 ml de la solution A dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter au trait de jauge avec la solution de calcium contenant 0,001 g de Ca/100 ml d'acide acétique à 1%. Ces solutions contiennent respectivement 15, 10, 8, 5, 2 et 1 γ/ml de fer.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Perkin-Elmer, modèle 503.
Redresseur de courbe.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	248.3 nm.
Courant:	9 mA.
Fente:	3.
Débit d'air:	9.
Débit d'acétylène:	7.
Hauteur du brûleur:	10 mm.
Extension d'échelle:	≈ 0,25 x.

MODE OPERATOIRE:

1. Pour le traitement de l'échantillon, voir la méthode-Se-ES-A-75.

2. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

3. Se servir du redresseur de courbe de la façon indiquée dans le manuel d'instructions du fabriquant en utilisant les solutions étalons contenant 5 et 15 γ/ml de fer.

4. Etalonner l'appareil en concentration de façon que les solutions étalons contenant 15, 10, 8, 5, 2 et 1 γ/ml de fer donnent respectivement des lectures de 15,0, 10,0, 8,0, 5,0, 2,0 et 1,0 sur le numériseur.

5. Nébuliser une partie de l'échantillon et noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppm de fer = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 0,1 ppm.

DOSAGE DU LITHIUM DANS LES EAUX SOUTERRAINES PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'EMISSION DE FLAMME

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,533 g de Li_2CO_3 dans environ 200 ml d'une solution d'acide acétique à 1% et étendre à 1000 ml avec la même solution. Cette solution A contient 100 γ/ml de lithium.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Cette solution B contient 1000 ng/ml de lithium.

Pipeter et introduire respectivement 10, 5 et 2 ml de la solution B dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions contiennent respectivement 100, 50 et 20 ng/ml de lithium.

Pipeter et introduire respectivement 10 et 5 ml de la solution étalon contenant 100 ng/ml de lithium dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions contiennent respectivement 10 et 5 ng/ml de lithium.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Perkin-Elmer, modèle 503.
Filtre.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Mode:	Emission.
Longueur d'onde:	670.8 nm (Vis: 335.4)
Fente:	4
Débit d'air:	9
Débit d'acétylène:	7
Hauteur du brûleur:	10 mm
Extension d'échelle:	≈ 0,75 x (On ajuste l'amplification "gain" de façon à obtenir l'extension d'échelle désirée).

MODE OPERATOIRE:

1. Pour le traitement de l'échantillon, voir la méthode-Se-ES-A-75.

2. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

3. Etalonner l'appareil en concentration de façon que les solutions étalons contenant 100, 50, 20, 10 et 5 ng/ml de lithium donnent des lectures de 100,0, 50,0, 20,0, 10,0 et 5,0 sur le numériseur.

4. Nébuliser une partie de l'échantillon et noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppb de lithium = lecture obtenue - (ppm de Ca x 0.083)

Note: Le calcium présente une interférence spectrale lors du dosage du lithium. La concentration en calcium doit donc être connue afin d'appliquer la correction qui s'impose.

LIMITE DE DETECTION: 0,2 ppb.

DOSAGE DU MAGNESIUM DANS LES EAUX SOUTERRAINES PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

REACTIFS:

Solutions de lanthane:

Voir méthode-Se-ES-B-75.

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 1,658 g de MgO dans environ 200 ml de la solution de lanthane contenant 100 γ/ml de La et compléter à 1000 ml avec la même solution. Cette solution A contient 1000 γ/ml de magnésium.

Pipeter et introduire 100 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter au trait de jauge avec la solution de lanthane contenant 100 γ/ml de La. Cette solution B contient 100 γ/ml de magnésium.

Pipeter et introduire respectivement 40, 30, 20, 10, 9 et 1 ml de la solution B dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter au trait de jauge avec la solution de lanthane contenant 100 γ/ml de La. Ces solutions contiennent respectivement 40, 30, 20, 10, 9 et 1 γ/ml de magnésium.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Perkin-Elmer, modèle 503.
Redresseur de courbe.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	285,2 nm.
Courant:	5 mA.
Fente:	4
Brûleur:	protoxyde d'azote - acétylène.
Débit d'air:	5,5
Débit d'acétylène:	4,0
Hauteur du brûleur:	9 mm.
Extension d'échelle:	≈ 0.35 x.

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la préparation de l'échantillon, voir la méthode-Se-ES-B-75.

2. Tourner le brûleur de façon à ce qu'il soit perpendiculaire au faisceau lumineux.

3. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

4. Se servir du redresseur de courbe de la façon indiquée dans le manuel d'instructions du fabriquant en utilisant les solutions étalons contenant 10 et 40 γ/ml de magnésium.

5. Etalonner l'appareil en concentration de façon que les solutions étalons contenant 40, 30, 20, 10, 9 et 1 γ/ml donnent respectivement des lectures de 44,4, 33,3, 22,2, 11,1, 10,0 et 1,1 sur le numériseur.

6. Nébuliser une partie de l'échantillon préparé et noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppm de magnésium = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 0,1 ppm.

DOSAGE DU MANGANESE DANS LES EAUX SOUTERRAINES PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 1,005 g de manganèse électrolytique (99,6%) dans 25 ml d'acide nitrique dilué (1:1) et compléter à 1000 ml avec de l'eau. Cette solution A contient 1000 γ/ml de manganèse.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Cette solution B contient 10 γ/ml de manganèse.

Pipeter et introduire 10, 5 et 2,5 ml de la solution B dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions contiennent respectivement 1000, 500 et 250 ng/ml de manganèse.

Pipeter et introduire 10 et 5 ml de la solution contenant 500 ng/ml de manganèse dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions contiennent respectivement 50 et 25 ng/ml de manganèse.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Varian Techtron, modèle AA-5.
Numériseur DI-30.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	279.5	nm.
Courant:	5	mA.
Fente:	50	μ.
Débit d'air:	6,5	
Débit d'acétylène:	2,5	
Hauteur du brûleur:	≈ 8	mm.

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la préparation de l'échantillon, voir la méthode-Se-ES-A-75.

2. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

3. Tourner le bouton "conc" du numériseur de façon à avoir une lecture de 100 avec la solution étalon contenant 500 ng/ml de manganèse.

4. Vérifier que les solutions contenant 1000, 250, 50 et 25 ng/ml de manganèse donnent des lectures de 200, 50, 10 et 5 sur le numériseur.

5. Nébuliser une partie de l'échantillon et noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppb de manganèse = lecture obtenue x 5.

LIMITE DE DETECTION: 10 ppb.

DOSAGE DU MERCURE DANS LES EAUX SOUTERRAINES PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE SANS FLAMME

REACTIFS:

Voir la méthode-Se-SR-50a-73.

SOLUTIONS ETALONS:

Voir la méthode-Se-SR-50a-73.

ETALONNAGE:

Saturer l'appareil MAS-50 suivant le mode opératoire décrit par le manufacturier.

Pipeter et introduire dans des flacons "Vitro" à joint rodé de 300 ml des parties aliquotes de 5 et 1 ml de la solution B de même que 5,2 et 1 ml de la solution C. Ces flacons contiennent respectivement 500, 100, 50, 20 et 10 ng de mercure.

Suivre le mode opératoire ci-dessous à partir de 2 jusqu'en 7.

Avec la solution étalon contenant 500 ng de mercure, régler l'appareil de façon à obtenir une lecture de 1,00 sur l'échelle X1.

En passant les solutions contenant 100, 50, 20 et 10 ng de mercure, on doit maintenant obtenir des lectures de 0,20, 0,10, 0,04 et 0,02 sur l'échelle X5.

APPAREIL:

Voir la méthode-Se-SR-50a-73.

MODE OPERATOIRE:

1. Introduire 100 ml d'échantillon dans un flacon "Vitro" de 300 ml à joint rodé.

2. Ajouter 10 ml d'acide sulfurique et deux gouttes de la solution de permanganate de potassium à 5%.

3. Ajouter 5 ml de la solution de chlorhydrate d'hydroxylamine à 1,5%. Agiter vigoureusement jusqu'à décoloration de la solution. Aussitôt la solution décolorée, arrêter l'agitation pour ne pas réduire le mercure.

4. Ajuster les boutons de façon à avoir des lectures de 100 et 0 sur l'appareil en position % T.

5. Presser le bouton correspondant au mode X5 et ajuster l'appareil au zéro en utilisant le bouton 100% T.

6. Presser le bouton de la mémoire à "on".

7. Ajouter 5 ml de la solution de chlorure stanneux à 10% et introduire immédiatement dans le circuit.

8. Noter la lecture obtenue lorsque l'aiguille cesse de monter (45 à 60 sec.).

N.B.: Avant d'effectuer le premier dosage, il est recommandé de purger l'appareil en passant au moins trois essais à blanc préparés de la façon suivante:

Introduire dans un flacon "Vitro", 10 ml d'acide sulfurique et deux gouttes de la solution de permanganate de potassium à 5%, 5 ml de la solution de chlorhydrate d'hydroxylamine à 1,5% et 5 ml de la solution de chlorure stanneux à 10%. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

CALCUL:

ppb de mercure = lecture obtenue x 5.

LIMITE DE DETECTION: 0,05 ppb.

DOSAGE DU MOLYBDENE DANS LES EAUX SOUTERRAINES PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Peser et introduire 0,250 g de molybdène métallique "Specpure" dans un bécher de 250 ml. Dissoudre dans un minimum d'acide nitrique en chauffant sur une plaque chauffante pour faciliter la dissolution. Transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Cette solution A contient 1000 γ/ml de molybdène.

Pipeter et introduire 5 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Cette solution B contient 10 γ/ml de molybdène.

Pipeter et introduire 2 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Cette solution C contient 4 γ/ml de molybdène.

Pipeter et introduire 50 ml de la solution B et de la solution C dans deux fioles jaugées de 500 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions D et E contiennent respectivement 1000 et 400 ppb de molybdène.

Note: Toutes ces solutions doivent être conservées dans des récipients de plastique et la durée des solutions D et E ne doit pas dépasser 1 semaine.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Perkin-Elmer, modèle 503.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	313,3 nm.
Courant:	10 mA.
Fente:	4
Brûleur:	protoxyde d'azote-acétylène.
Pression de protoxyde d'azote:	30 lbs/po^2.
Débit de protoxyde d'azote:	5

Pression d'acétylène:	8 lbs/po^2
Débit d'acétylène:	13 (bille blanche).
Hauteur du brûleur:	8 mm.
Extension d'échelle:	= 1,4 x.

Note: L'opérateur doit veiller à ce que la fente du brûleur demeure constamment exempte de dépôt de carbone.

ETALONNAGE ET MODE OPERATOIRE:

1. Pipeter et introduire dans des fioles jaugées de 500 ml, 10 ml de la solution D de même que 10 et 5 ml de la solution E et compléter à 400 ml avec la solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions contiennent respectivement 10000, 4000 et 2000 ng de molybdène.

2. Suivre le processus de chelation - extraction de la méthode-Se-ES-C-75 à partir de 3.

3. Régler le numériseur au zéro avec le témoin A.

4. Etalonner l'appareil en concentration de façon que les solutions étalons contenant 10000, 4000 et 2000 ng de molybdène donnent des lectures de 25, 10 et 5 sur le numériseur.

5. Une fois l'appareil étalonné en concentration, régler le numériseur au zéro avec le témoin B et procéder au dosage de l'échantillon préparé suivant la méthode-Se-ES-C-75.

CALCUL:

ppb de molybdène = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 1 ppb.

DOSAGE DU NICKEL DANS LES EAUX SOUTERRAINES PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,424 g de $Ni(CH_3COO)_2.4H_2O$ dans environ 50 ml d'une solution d'acide acétique à 1% et compléter à 100 ml avec la même solution. Cette solution A contient 1000 γ/ml de nickel.

Pipeter et introduire 5 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au trait de jauge avec la solution d'acide acétique à 1%. Cette solution B contient 10 γ/ml de nickel.

Pipeter et introduire 2 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Cette solution C contient 4 γ/ml de nickel.

Pipeter et introduire 50 ml de la solution B et de la solution C dans deux fioles jaugées de 500 ml et compléter aux traits de jauge avec la solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions D et E contiennent respectivement 1000 et 400 ppb de nickel.

Note: Toutes ces solutions doivent être conservées dans des récipients de plastique et la durée des solutions D et E ne doit pas dépasser 1 semaine.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Perkin-Elmer, modèle 503.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	232,0 nm.
Courant:	10 mA.
Fente:	3
Débit d'air:	8
Débit d'acétylène:	3,0 - 3,5
Hauteur du brûleur:	7 mm.
Extension d'échelle:	≈ 3,7 x.

ETALONNAGE ET MODE OPERATOIRE:

1. Pipeter et introduire dans des fioles jaugées de 500 ml, 10 ml de la

solution D de même que 10 et 5 ml de la solution E et compléter à 400 ml avec une solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions contiennent respectivement 10000, 4000 et 2000 ng de nickel.

2. Suivre le processus de la chelation - extraction de la méthode-Se-ES-C-75 à partir de 3.

3. Régler le numériseur au zéro avec le témoin A.

4. Etalonner l'appareil en concentration de façon que les solutions étalons contenant 10000, 4000 et 2000 ng de nickel donnent des lectures de 25,0, 10,0 et 5,0 sur le numériseur.

5. Une fois l'appareil étalonné en concentration, régler le numériseur au zéro avec le témoin B et procéder au dosage de l'échantillon suivant la méthode-Se-ES-C-75.

CALCUL:

ppb de nickel = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 1 ppb.

DOSAGE DU PLOMB DANS LES EAUX SOUTERRAINES PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 0,183 g de $Pb(CH_3COO)_2.3H_2O$ dans environ 50 ml d'une solution d'acide acétique à 1% et compléter à 100 ml avec la même solution. Cette solution A contient 1000 γ/ml de plomb.

Pipeter et introduire 5 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Cette solution B contient 10 γ/ml de plomb.

Pipeter et introduire 2 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Cette solution C contient 4 γ/ml de plomb.

Pipeter et introduire 50 ml de la solution B et de la solution C dans deux fioles jaugées de 500 ml et compléter aux traits de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions D et E contiennent respectivement 1000 et 400 ppb de plomb.

Note: Toutes ces solutions doivent être conservées dans des récipients de plastique et la durée des solutions D et E ne doit pas dépasser 1 semaine.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Perkin-Elmer, modèle 503.
Correcteur de fond à arc au deutérium.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	217,0 nm.
Courant:	12 mA.
Fente:	4
Débit d'air:	8
Débit d'acétylène:	3,5 - 4
Hauteur du brûleur:	9 mm.
Extension d'échelle:	≈ 3,7 x.

ETALONNAGE ET MODE OPERATOIRE:

1. Pipeter et introduire dans des fioles jaugées de 500 ml, 10 ml de la

solution D de même que 10 et 5 ml de la solution E et compléter à 400 ml avec une solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions contiennent respectivement 10000, 4000 et 2000 ng de plomb.

2. Suivre le processus de la chelation - extraction de la méthode-Se-ES-C-75 à partir de 3.

3. Utiliser l'arc au deutérium de la façon indiquée dans le manuel d'instructions du fabriquant.

4. Régler le numériseur au zéro avec le témoin A.

5. Etalonner l'appareil en concentration de façon que les solutions étalons contenant 10000, 4000 et 2000 ng de plomb donnent des lectures de 25,0, 10,0 et 5,0 sur le numériseur.

6. Une fois l'appareil étalonné en concentration, régler le numériseur au zérc avec le témoin B et procéder au dosage de l'échantillon préparé suivant la méthode-Se-ES-C-75.

CALCUL:

ppb de plomb = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 1 ppb.

DOSAGE DU POTASSIUM DANS LES EAUX SOUTERRAINES PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'EMISSION DE FLAMME

REACTIFS:

Solutions de lanthane:

Voir méthode-Se-ES-B-75.

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 1,907 g de KCl dans environ 200 ml d'une solution de lanthane contenant 100 γ/ml de La et compléter à 1000 ml avec la même solution. Cette solution A contient 1000 γ/ml de potassium.

Pipeter et introduire 100 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter au trait de jauge avec la solution de lanthane contenant 100 γ/ml de La. Cette solution B contient 100 γ/ml de potassium.

Pipeter et introduire respectivement 20, 15, 10, 9, 5 et 1 ml de la solution B dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter au trait de jauge avec la solution de lanthane contenant 100 γ/ml de La. Ces solutions contiennent respectivement 20, 15, 10, 9, 5 et 1 γ/ml de potassium.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Perkin-Elmer, modèle 503.
Filtre.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Mode:	Emission.
Longueur d'onde:	766.5 nm (Vis: 383).
Fente:	4
Brûleur:	protoxyde d'azote - acétylène.
Débit d'air:	5,5
Débit d'acétylène:	4,0
Hauteur du brûleur:	8 mm.
Extension d'échelle:	≈ 0,65 x. (On ajuste l'amplification "gain" de façon à obtenir l'extension d'échelle désirée).

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la préparation de l'échantillon, voir la méthode-Se-ES-B-75.

2. Tourner le brûleur de façon à ce qu'il soit perpendiculaire à sa position normale.

3. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

4. Etalonner l'appareil en concentration de façon que les solutions étalons contenant 20, 15, 10, 9, 5 et 1 γ/ml de potassium donnent des lectures de 22,2, 16,6, 11,1, 10,0, 5,5 et 1,1 sur le numériseur.

5. Nébuliser une partie de l'échantillon préparé et noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppm de potassium = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 0,2 ppm.

DOSAGE DU SODIUM DANS LES EAUX SOUTERRAINES PAR SPECTROPHOTOMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

REACTIFS:

Solutions de lanthane:

Voir méthode-Se-ES-B-75.

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 2,542 g de NaCl dans environ 200 ml de la solution de lanthane contenant 100 γ/ml de La et compléter à 1000 ml avec la même solution. Cette solution A contient 1000 γ/ml de sodium.

Pipeter et introduire 100 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter au trait de jauge avec la solution de lanthane contenant 100 γ/ml de La. Cette solution B contient 100 γ/ml de sodium.

Pipeter et introduire respectivement 30, 20, 10, 9, 5 et 1 ml de la solution B dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter au trait de jauge avec la solution de lanthane contenant 100 γ/ml de La. Ces solutions contiennent respectivement 30, 20, 10, 9, 5 et 1 γ/ml de sodium.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Varian Techtron, modèle AA-5.
Numériseur DI-30.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	589,6	nm.
Courant:	9	mA.
Fente:	20	μ.
Débit d'air:	5	
Débit d'acétylène:	2	
Hauteur du brûleur:	8	mm.

MODE OPERATOIRE:

1. Pour la préparation des échantillons, voir la méthode-Se-ES-B-75.

2. Tourner le brûleur de façon à ce qu'il soit perpendiculaire au faisceau lumineux.

3. Régler le numériseur au zéro avec la solution de lanthane contenant 100 γ/ml de La.

4. Tourner le bouton "conc" du numériseur de manière à avoir une lecture de 10,0 avec la solution étalon contenant 9 γ/ml de sodium.

5. Vérifier que les solutions étalons contenant 30, 20, 10, 5 et 1 γ/ml de sodium donnent respectivement des lectures de 33,3, 22,2, 11,1, 5,5 et 1,1 sur le numériseur.

6. Nébuliser une partie de l'échantillon préparé et noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppm de sodium = lecture obtenue.

LIMITE DE DETECTION: 0,2 ppm.

DOSAGE DU ZINC DANS LES EAUX SOUTERRAINES PAR SPECTROPHOTOMÉTRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

SOLUTIONS ETALONS:

Dissoudre 1,000 g de zinc métallique dans environ 25 ml d'acide nitrique dilué (1:1) et compléter à 1000 ml avec de l'eau. Cette solution A contient 1000 γ/ml de zinc.

Pipeter et introduire 10 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Cette solution B contient 10 γ/ml de zinc.

Pipeter et introduire 5 et 2,5 ml de la solution B dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions contiennent respectivement 500 et 250 ng/ml de zinc.

Pipeter et introduire 10,5 et 1 ml de la solution contenant 500 ng/ml de zinc dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter au trait de jauge avec une solution d'acide acétique à 1%. Ces solutions contiennent respectivement 50, 25 et 5 ng/ml de zinc.

APPAREILLAGE:

Spectrophotomètre d'absorption atomique,
Varian Techtron, modèle AA-5.
Numériseur DI-30.

CONDITIONS OPERATOIRES:

Longueur d'onde:	213,8	nm.
Courant:	6	mA.
Fente:	100	μ.
Débit d'air:	6,5	
Débit d'acétylène:	2,5	
Hauteur du brûleur:	8	mm.

MODE OPERATOIRE:

1. Pour le traitement de l'échantillon, voir la méthode-Se-ES-A-75.

2. Régler le numériseur au zéro avec de l'eau.

3. Tourner le bouton "conc" du numériseur de façon à avoir une lecture de 125 avec la solution étalon contenant 250 ng/ml de zinc.

4. Vérifier que les solutions contenant 500, 50, 25 et 5 ng/ml de zinc donnent des lectures de 250, 25, 12 et 2 sur le numériseur.

5. Nébuliser une partie de l'échantillon et noter la lecture obtenue.

CALCUL:

ppb de zinc = lecture obtenue x 2.

LIMITE DE DETECTION: 4 ppb.

LISTE ALPHABETIQUE DES ELEMENTS

1. Actinium
2. Aluminium
3. Américium
4. Antimoine
5. Argent
6. Argon
7. Arsenic
8. Astate
9. Azote
10. Baryum
11. Berkélium
12. Béryllium
13. Bismuth
14. Bore
15. Brome
16. Cadmium
17. Calcium
18. Californium
19. Carbone
20. Cérium
21. Césium
22. Chlore
23. Chrome
24. Cobalt
25. Cuivre
26. Curium
27. Dysprosium
28. Erbium
29. Etain
30. Europium
31. Fer
32. Fluor
33. Francium
34. Gadolinium
35. Gallium
36. Germanium
37. Hafnium
38. Hélium
39. Holmium
40. Hydrogène
41. Indium
42. Iode
43. Iridium
44. Krypton
45. Lanthane
46. Lithium
47. Lutécium
48. Magnésium
49. Manganèse
50. Mercure

51. Molybdène
52. Néodyme
53. Néon
54. Neptunium
55. Nickel
56. Niobium
57. Or
58. Osmium
59. Oxygène
60. Palladium
61. Phosphore
62. Platine
63. Plomb
64. Plutonium
65. Polonium
66. Potassium
67. Praséodyme
68. Prométhium
69. Protactinium
70. Radium
71. Radon
72. Rhénium
73. Rhodium
74. Rubidium
75. Ruthénium
76. Samarium
77. Scandium
78. Sélénium
79. Silicium
80. Sodium
81. Soufre
82. Strontium
83. Tantale
84. Technétium
85. Tellure
86. Terbium
87. Thallium
88. Thorium
89. Thulium
90. Titane
91. Tungstène
92. Uranium
93. Vanadium
94. Xénon
95. Ytterbium
96. Yttrium
97. Zinc
98. Zirconium

L'ÉDITEUR OFFICIEL DU QUÉBEC
SERVICE DE LA REPROGRAPHIE
Mars 1976

ISBN 0-7754-2467